

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-219866

(43)Date of publication of application : 03.09.1990

(51)Int.Cl.

C09C 3/10

(21)Application number : 01-040393

(71)Applicant : NIPPON OIL &amp; FATS CO LTD

(22)Date of filing : 22.02.1989

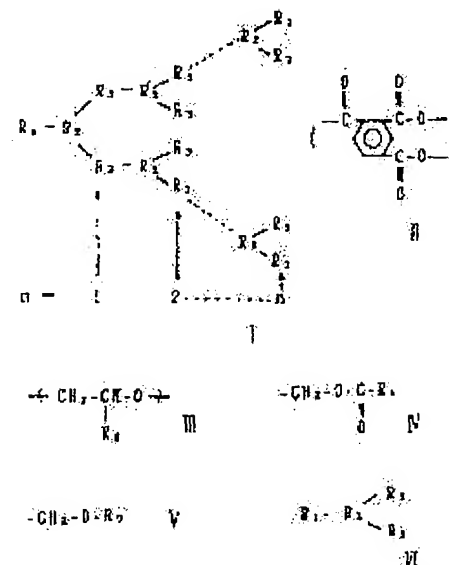
(72)Inventor : MATSUBARA YOSHIRO  
YAMAMOTO TOSHIO  
MATSUKURA YOSHIAKI

## (54) PIGMENT DISPERSING AGENT

### (57)Abstract:

PURPOSE: To prepare a pigment dispersing agent providing excellent dispersibility and storage stability to a basic pigment by incorporating a specified trimellitic acid deriv.

CONSTITUTION: At least one of trimellitic anhydride deriv. of formula I [wherein R1 is R4 -O- (wherein R4 is a residue of a hydroxyl-terminated polyester monool with a wt. average MW of 1,000-100,000); R2 is a trimellitic acid residue (a group of formula II); R3 is H when R3 is positioned at the terminal and formula III (wherein R5 is an arom. group or a 5-19C alkyl; R6, a group of formula IV, is a 3-17C alkyl or an arom. residue and R7, a group of formula V, is a 4-18C alkyl or an arom. group); n=1-5; and when n=1, it is formula IV] is incorporated to obtain a pigment dispersing agent, which is used when a pigment is dispersed in a coating compsn. in preparing a pigment and an ink and provides excellent dispersibility and storage stability for not only acidic pigments but also basic pigments.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-219866

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 09 C 3/10

識別記号

PCE

庁内整理番号

7038-4J

⑭ 公開 平成2年(1990)9月3日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 顔料分散剤

⑯ 特 願 平1-40393

⑰ 出 願 平1(1989)2月22日

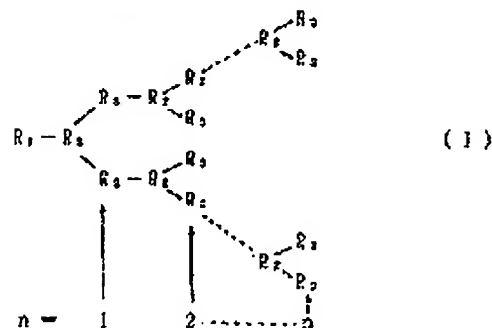
⑱ 発 明 者 松 原 義 朗 神奈川県横浜市栄区笠間町910-4  
⑲ 発 明 者 山 本 登 司 男 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町473  
⑲ 発 明 者 松 倉 慶 明 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町1113  
⑳ 出 願 人 日本油脂株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目10番1号  
㉑ 代 理 人 弁理士 杉村 暁 秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 顔料分散剤

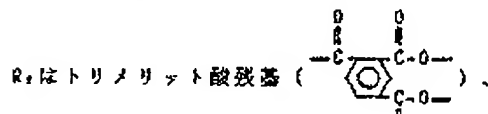
2. 特許請求の範囲

1. 次の一般式



(式中、

R<sub>1</sub>はR<sub>4</sub>-O-(R<sub>4</sub>は重量平均分子量1,000 ~ 100,000 の片末端水酸基型ポリエステルモノオールの残基)であり、



R<sub>3</sub>は末端に位置する場合はH、それ以外の場合は  $\text{--CH}_2\text{--CH--O--}$  (式中R<sub>4</sub>は芳香族基、炭

素数5~19のアルキル基、又は  $\text{--CH}_2\text{--O--C--R}_4$ 、  
O

基、但しR<sub>4</sub>は炭素数が3~17のアルキル基又は芳香族基、又は  $\text{--CH}_2\text{--O--R}_4$  基、但し、R<sub>4</sub>は炭素数が4~18のアルキル基又は芳香族基)、

nは1~5の整数で、例えばn=1の場合

は、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>  $\begin{matrix} R_3 \\ R_4 \end{matrix}$  となる)で表わされる無水

トリメリット酸誘導体の少なくとも1種を含むことを特徴とする顔料分散剤。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、顔料、インキ製造において被覆用組成物に顔料を混合する際用いられる顔料分散剤に関するものである。

(従来技術)

顔料を用いる塗料、印刷インキ、着色プラスチック

チックなどの色材工業では、各種界面活性剤が多く使用されている。これは顔料を分散媒に分散するとき、分散媒にぬれやすいことが良好な分散状態を得るために必要だからである。たとえば有機顔料は水に分散しようとしても分散剤なしでは一般に困難である。

また色材で高外観性を得るには顔料をできるだけ微少にする必要がある。しかし顔料はその乾燥工程でアグリゲーション (aggregation) またはアグロメレーション (agglomeration) の状態でかなり凝集しているし、顔料-水のペースト状態でもそれらが凝集していることは電子顕微鏡でも確認される。この凝集体を破壊するためにはかなり大きなエネルギーを必要とする。そこで、この分散エネルギーを軽減するために顔料を活性剤で表面処理することにより凝集を抑えるなどの方法がとられている。

また分散された顔料はブラウン運動によって衝突し再凝集を起こす可能性がある。そこでブラウン運動を抑えるために分散媒の粘度を増加させた

り、顔料表面に荷電を与えたり、また吸着層を作ったりして一定の距離以内に粒子が近づかないようにしたり、自然沈降を防ぐため比重差を少なくしたりして凝集を防ぐ工夫がなされている。

具体的な分散剤としては①特開昭60-166318号公報、②特開昭61-174939号公報および③特開昭61-61623号公報などで提案されているものがある。

(発明が解決しようとする課題)

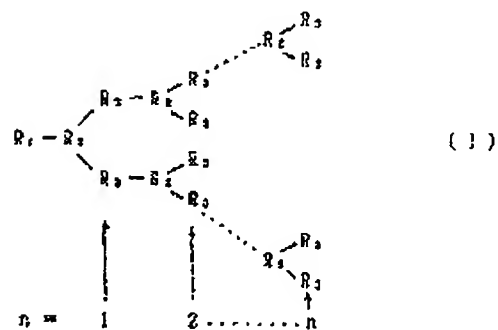
上記の顔料分散剤の内、上記①、②の公開特許公報に記載されている顔料分散剤(以下①、②の顔料分散剤という)は構造中に塩基性の官能基を持ちこの塩基性の官能基が顔料表面に吸着し、その結果形成された吸着層の立体的効果により微粒化された顔料を安定に保つ効果を有するものであるが、構造中の塩基により効果が発現される性質上、いわゆる酸性顔料に対しては絶大な効果を発揮するが塩基性の顔料に対してはほとんど効果は表われず、かえって外観性の低下、塗膜の軟化等の不具合を引き起こすこともある。

また上記③の公開特許公報に記載されている顔料分散剤は構造中に酸性の官能基を持ち、①、②の顔料分散剤で分散が難しい塩基性の顔料に対して効果が期待されるが、顔料分散剤の分子量が小さいことや、維持させ得るカルボキシル基の数が少ないといったことから、顔料分散効果は不充分である。

一般に塩基性の顔料の分散性を向上させるためには、分散樹脂中に酸基を導入すれば良いといわれているが、通常のアルキド樹脂やアクリル樹脂においてはカルボキシル基がランダムに分布しており、このため分散剤の吸着保護層の厚みが不充分となり、顔料を安定に分散させる方が乏しい。本発明は塩基性顔料に対して効果の優れた顔料分散剤を提供することを目的としている。

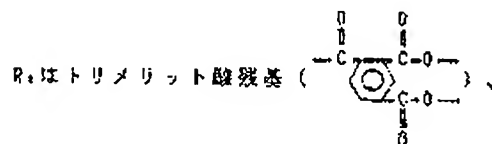
(課題を解決するための手段)

本発明者らは次の一般式



(式中、

$R_1$ は $E_n-O$  ( $R_2$ は重量平均分子量1,000 ~ 100,000の片末端水酸基型ポリエステルモノオールの残基)であり、



$R_4$ は末端に位置する場合はH、それ以外の場合は  
 $\text{---CH}_2\text{---CH---}$   
 $\quad \quad \quad |$   
 $\quad \quad \quad R_5$

のアルキル基、又は  $-\text{CH}_2-\text{O}-\underset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{C}}}-\text{R}_1$  基、但し  $\text{R}_1$  は炭素数が 3 ~ 17 のアルキル基又は芳香族基、又は

$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{R}_2$  基、但し、 $\text{R}_2$  は炭素数が 4 ~ 18 のアルキル基又は芳香族基)、

$n$  は 1 ~ 5 の整数で、例えば  $n = 1$  の場合

は  $\text{R}_1, \text{R}_2 \begin{matrix} \nearrow \text{R}_3 \\ \searrow \text{R}_3 \end{matrix}$  となる) で表わされる無水トリメリット酸誘導体の少なくとも 1 種を含有することを特徴とするポリエステル化合物を顔料分散剤として用いると、この顔料分散剤はその構造において、顔料表面に吸着する部分と、立体反発効果を出すための吸着層と形成する部分とにはっきりわかれており、且つ分子量の設定が容易であるため、外観向上効果など顔料分散安定化効果が著しく改善されることを見出し、本発明を完成するに至った。

本発明の顔料分散剤は、以下の手順により製造される。

- (1) 炭素原子数が 7 ~ 20 の一価アルコールに炭素

として炭素原子数 8 ~ 18 の一塩基酸にモル比で  $m + 1$  倍の単官能エポキシ化合物およびモル比で  $m$  倍の酸無水物を加え、窒素雰囲気下で 140 ~ 160 °C で反応させる ( $m$  は 1 以上の整数を表す)。この時反応がなかなか進まないようであれば、テトラブチルチタネート、ジブチル錫ジラウレート、ジメチルベンジルアミン等の触媒を加えても良い。上記一塩基酸の例としては、オレイン酸、カプリン酸、ラウリン酸、パルミチン酸等が挙げられ、単官能エポキシ化合物としてはエチレンオキシド、プロピレンオキシド、ステレンオキシド、フェニルグリシジルエーテル、 $n$ -ブチルグリシジルエーテル、ラウリン酸グリシジルエステル、ステアリン酸グリシジルエステル、パーサティック酸グリシジルエステル、 $\alpha$ -ターシャリーブチル安息香酸グリシジルエステル等が挙げられ、酸無水物としては無水フタル酸、無水コハク酸、六水素化無水フタル酸、四氯化無水フタル酸、四塩化無水フタル酸、無水ハイミック酸、無水マレイン酸、無水ヘット

酸原子数 6 ~ 8 のラクトン類およびテトラブチルチタネート、ジブチル錫ジラウレートなどの有機金属触媒を加え、窒素雰囲気下で 140 ~ 160 °C で開環重合反応を行ない、片末端に水酸基を持ったポリエステルモノオールを得る。上記炭素原子数が 7 ~ 20 の一価アルコールの例としてはオクチルアルコール、デシルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、エイコシルアルコールなどの脂肪族飽和アルコール、アリルアルコール、クロチルアルコールなどの脂肪族不飽和アルコール、シクロペンタノール、シクロヘキサノールなどの脂環式アルコール、ベンジルアルコール、シンナミルアルコール等の芳香族アルコール、フルフリルアルコールなどの複素環式アルコール等が挙げられる。また炭素原子数が 6 ~ 8 のラクトン類の例としては、 $\epsilon$ -カプロラクトン、 $\gamma$ -ブチロラクトン、 $\delta$ -バレロラクトン等が挙げられる。

同様なポリエステルモノオールを得る手法と

酸等が挙げられる。

また、炭素原子数が 7 ~ 20 の一価アルコールにモル比で  $m$  倍の単官能エポキシ化合物とモル比で  $m$  倍の酸無水物とを反応させることにより同様なポリエステルモノオールを得ることが出来る ( $m$  は 1 以上の整数を表す)。

- (2) (1) の工程で作成したポリエステルモノオールに水酸基と等モルの無水トリメリット酸を加え、窒素雰囲気下で 140 ~ 160 °C で反応させ、ポリエステルの片末端が水酸基から 2 倍量のカルボキシル基に変性したポリエステル化合物を得る。
- (3) 次に、(2) の工程で得たポリエステル化合物中のカルボキシル基と等モルの単官能エポキシ化合物を加え、窒素雰囲気下で 140 ~ 160 °C で反応させ、ポリエステルの末端がカルボキシル基から再び水酸基に変換されたポリエステル化合物を得る。
- (4) (2) ~ (3) の工程を 0 ~ 4 回繰り返す ( $n = 2 \sim 5$ )、生成した水酸基と等モルの無水トリメリット酸を加え、窒素雰囲気下で 140 ~ 160 °C で

反応させ、末端をカルボキシル基に転換する。  
(2)~(3)の工程の繰り返しが多いほど、一分子当りのカルボキシル基の数が多くなりポリエステル化合物を得ることができる。

これらの合成に際し、キシレン、セロソルブ、アセテート、ソルベッソ100（芳香族系溶媒、エッソスタンダード社製、商品名）などの有機溶媒またはカルボキシル基と反応しない有機溶媒を用いても良い。

式(1)のポリエステルモノオールの分子量が1,000より小さい場合は、充分な立体反発効果が得られないため、顔料の分散性が悪く、また100,000を超える場合は顔料への吸着力が弱くなり、顔料分散性は即って低下する。

また、(2)~(3)の工程の繰り返し回数が多い（ $n=6$ 以上）のものは、塗料用樹脂との相溶性が悪くなり、顔料分散性は低下する。

得られたポリエステル化合物は、トルエン、キシレン、ソルベッソ100などの芳香族系溶媒、酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル系溶媒、

n-ブタノールなどのアルコール系溶媒などの非水系溶媒で希釈しても良い。

本発明の顔料分散剤は、各種顔料、各種樹脂を加えて分散ペーストとして用いられる。この場合、顔料としては塗料業界で通常使用されている各種の無機顔料、有機顔料が用いられ、無機顔料としては例えばカーボンブラック、亜鉛華、酸化チタン、アンチモン白、酸化鉄黒、ベンガラ、鉛丹、カドミウムイエロー、硫化亜鉛、リトボン、硫酸バリウム、硫酸鉛、炭酸バリウム、鉛白、アルミナホワイト等が、また有機顔料としてはアゾ系、ポリ縮合アゾ系、メタルコンプレックスアゾ系、ベンダイミダゾロン系、フタロシアニンブルー系、フタロシアニングリーン系、チオインジゴ系、アンスラキノン系、フラバンスロン系、インゲンスレン系、アンスラピリジン系、ピランスロン系、イソインドリノン系、ペリレン系、ペリノン系およびキナクリドン系の各種顔料が用いられる。

また上記分散ペーストに用いられる樹脂とし

ては、アルキド樹脂、オイルフリーアルキド樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、グアミン樹脂、尿素樹脂等、非常に幅広く適用できる。これは本発明の顔料分散剤の相溶部分（(1)式のR-08の部分）が自由に設計できることによってもたらされる特徴である。

本発明の顔料分散剤を用いた分散ペーストは、顔料分散剤を顔料に対して、0.01~500%、好ましくは、0.1%~200%（重量比）添加し、次いで1種または2種以上の上記塗料用樹脂を混合した後、必要に応じて塗料工業において使用される溶媒、例えば、トルエン、キシレン、ソルベッソ100、ソルベッソ150等の芳香族炭化水素系溶媒、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒の1種または2種以上を加え、通常の分散機、例えば、ロータリミル、ボールミル、サンドグラインドミル、ペイントシェーカー、プラネタリーミキサー、

ハイスピードディスパー分散機等を用いて製造される。

顔料に対して、添加する顔料分散剤の添加量が0.01%未満の場合は、充分な顔料分散性が得られず、また分散ペーストの貯蔵安定性が劣り、また500%を超える場合は、顔料表面に吸着せず遊離した顔料分散剤が存在し、顔料分散性が劣る。

かくして得られる分散ペーストは、極めて良好な顔料分散性と貯蔵安定性を示し、分散ペーストとして有用である。

#### 〔作用〕

本発明の顔料分散剤が、極めて顔料分散性と貯蔵安定性に優れるのは、構造中のカルボキシル基が顔料表面に強く吸着し、かつポリエステル部分が立体反発層を形成し、顔料粒子の再凝集を妨げていることに起因しているものと思われる。

#### 〔実施例〕

以下、合成例、実施例、比較例、応用例、応用比較例により本発明をさらに詳細に説明する。尚

各例中、部および%は特記しない限り重量部および重量%を示す。

#### 合成例 1

ポリエステルモノオールAの合成。

冷却管、窒素ガス導入管、温度計、攪拌羽根を備えた反応容器に、キシレン193.4 部、オクタノール20.7部、ε-カプロラクトン779.3 部、テトラブチルチタネート1.6 部を仕込み、150 ~ 160 °C に昇温し、窒素ガス雰囲気下、5 時間反応を行った。加熱残分が78%以上になっているのを確認した後、冷却し、ポリエステルモノオールAを得た。

#### 合成例 2 ~ 10

ポリエステルモノオールB ~ Jの合成。

実施例 1 と同様な手順により、表 1 の配合に従ってポリエステルモノオールB ~ Jを合成した。

#### 実施例 1

顔料分散剤Aの合成。

合成例 1 と同様の反応容器に、ポリエステルモノオールA31.86 部、無水トリメリット酸0.98部

を仕込み、窒素雰囲気下150 ~ 160 °C で反応を行った。樹脂酸価が22.7以下になった時点でカージェラーE10 (シェル社製、商品名パーサティック酸グリンジルエステル、エポキシ当量250)、2.53 部を仕込み、同じ温度で反応を行った。樹脂酸価が1.1 以下になった時点で無水トリメリット酸1.96部を仕込み、同じ温度で反応を行ない、樹脂酸価が38.7以下になった時点でカージェラーE10、5.10部を仕込み、同じ温度で反応を行ない、樹脂酸価が1.8 以下になった時点で無水トリメリット酸3.92部を仕込み、同じ温度で反応を行ない、樹脂酸価が60.1以下になった時点で冷却し、キシレン23.63 部、セロアセ30.00 部を加え、反応を終了させた。得られた顔料分散剤Aは淡黄色の液体であった。

#### 実施例 2 ~ 12

顔料分散剤B ~ Lの合成。

実施例 1 と同様な手順により、表 2 の配合に従って顔料分散剤B ~ Lを合成した。得られた顔料分散剤B ~ Lの特性値を表 2 下部に示す。

#### 比較例 1 ~ 3

顔料分散剤M ~ Oの合成。

実施例 1 と同様な手順により、表 2 の配合に従って顔料分散剤M ~ Oを合成した。得られた顔料分散剤M ~ Oの特性値を表 2 下部に示す。

#### 比較例 4

n-オクタノール7.2 部、ε-カプロラクトン32.8部、およびジブチル錫ジラウレート0.003 部を窒素雰囲気下で攪拌し1時間以内で150 °C に加熱した。99%の加熱残分が得られるとただちに付加反応を終えた。このε-カプロラクトンポリエステル16.9部に、キシレン20部、酢酸エチルセロソルブ10部にデスモジュールN (ヘキサメチレンジイソシアネートの3 量体、加熱残分75%) 7.2 部、ジブチル錫ジラウレート0.004 部を加えて、窒素雰囲気下60 °C で、OH基が完全に反応するまで攪拌した。

さらにこの反応混合物をキシレン10部で希釈し、N-メチルピロリドン10部に溶かしたのち1.12-ジアミノドデカン0.8 部を速かに加えた。当初に反

応したNCO 基の66%が反応したとき、反応混合物をキシレン13.2部で希釈し、N-メチルピロリドン10部に溶かしたN,N-ジアルキルメラミン1.9 部を加えた。反応混合物を70 °C で加熱し、この温度で1 時間攪拌した。得られた顔料分散剤Pは無色の液体であった。

#### 比較例 5

顔料分散剤Qの合成。

攪拌器、温度計、窒素導入管およびジーンスタークトラップを付けた還流コンデンサーを備えた500 ㎖の四つ口フラスコに1,2,4,5-ベンゼンテトラカルボン酸25.4 g、2-エチルヘキシルアルコール39.0 g、キシレン50 ㎖の混合物を加え、ここにテトラブチルチタネート0.2gを加え、窒素気流中160 ~ 180 °C にて18時間加熱還流させ、発生した水分はジーンスタークトラップで分離した。反応終了後、150 °C にて減圧下にキシレンを除去し、59.9 g の油状物を得た。

特開平2-219866 (6)

表 1

ポリエステルモノオールの合成例

(配合成分、重量部)

合 成 例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ポリエステルモノオール概	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
キ シ レ ン	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4
オ ク タ ノ ール	20.7	20.7	99.8	1.0	21.2	21.7	—	—	220.3	0.5
ラ ウ リ ン 酸	—	—	—	—	—	—	33.1	32.1	—	—
ε- カプロラクトン	779.3	—	700.2	799.0	—	—	—	—	579.7	799.5
δ- バレロラクトン	—	779.3	—	—	—	—	—	—	—	—
カーブユラーE10	—	—	—	—	489.2	—	497.1	—	—	—
無 水 フ タ ル 酸	—	—	—	—	289.6	—	269.8	—	—	—
スチレンオキシaid	—	—	—	—	—	340.9	—	347.1	—	—
ヘキサヒドロ無水フタル酸	—	—	—	—	—	437.4	—	420.8	—	—
テトラブチルチタネート	1.6	1.6	1.6	1.6	—	—	—	—	1.6	1.6
ジメチルベンジルアミン	—	—	—	—	1.6	1.6	1.6	1.6	—	—
加熱残分(%) (注1)	80.2	79.6	79.5	79.9	80.2	80.5	79.9	79.5	79.1	79.4
計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

(注1) JIS K 5400 B.2 加熱残分による。

表 2

原料成分割合の合成例および特性

実例別・比較例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
原料成分割合	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q
ポリエステルモノオール	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4	198.4
オクタノール	20.7	20.7	99.8	1.0	21.2	21.7	—	—	220.3	0.5	—	—	—	—	—	—	—
ラウリン酸	—	—	—	—	—	—	33.1	32.1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ε-カプロラクトン	779.3	—	700.2	799.0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
δ-バレロラクトン	—	779.3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
カーブユラーE10	—	—	—	—	489.2	—	497.1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
無水フタル酸	—	—	—	—	289.6	—	269.8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
スチレンオキシaid	—	—	—	—	—	340.9	—	347.1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ヘキサヒドロ無水フタル酸	—	—	—	—	—	437.4	—	420.8	—	—	—	—	—	—	—	—	—
テトラブチルチタネート	1.6	1.6	1.6	1.6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ジメチルベンジルアミン	—	—	—	—	1.6	1.6	1.6	1.6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
加熱残分(%) (注1)	80.2	79.6	79.5	79.9	80.2	80.5	79.9	79.5	79.1	79.4	—	—	—	—	—	—	—
計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	—	—	—	—	—	—	—

(注1) JIS K 5400 B.2 加熱残分による

(注2) JIS K 5400 B.2 加熱残分による

## 応用例 1

実施例 1 で得られた顔料分散剤 A を用い、表 3 の分散配合により、ペイントシェーカー（レッドデビル社製）で顔料を分散し、分散ペーストを得た。得られた分散ペーストの平均粒径と貯蔵安定性を測定した。その結果を表 3 に示す。次に分散ペーストを用いて表 3 の塗料配合により塗料を作成した。次にその塗料を希釈用シンナー（セロソルブアセチート／キシレン＝50/50 % 比混合溶媒）を加えてフォードカップ No. 4 で粘度 20 秒（25℃）になるように調整した後、下記の如くしてつくった塗装試験板にスプレー塗装を行い、140℃で30分間焼き付けて試験片を得た。得られた試験片の30℃鏡面光沢（ドリゴン鏡面光沢計、ハンターラボラトリー製）を測定した。測定結果を表 3 に示す。

上記塗装試験板としては、リン酸亜鉛鋼板に、日本油脂製「アクリル 4200（商品名）」を乾膜厚 20  $\mu\text{m}$  になるように電着塗装し、170℃で20分間焼き付け、さらに中塗塗料として日本油脂製

製「エピコ No. 1500 シーラー TX-100（商品名）」を乾膜厚 25  $\mu\text{m}$  になるように塗布し、140℃で30分間焼き付けたものを使用した。

## 応用例 2 ～ 12

表 3 に示す分散配合により、応用例 1 と同様に分散を行ない、分散ペースト b ～ l を得た。得られた分散ペーストの平均粒径および貯蔵安定性の結果を表 3 に示す。分散ペーストを用いて表 3 に示した配合により塗料を作成し、応用例 1 と同様に試験片を作成し、30℃鏡面光沢度を測定した。測定結果を表 3 に示す。

## 応用比較例 1 ～ 9

表 3 に示す分散配合により、応用例 1 と同様に分散を行ない、分散ペースト m ～ r を得た。得られた分散ペーストの平均粒径および貯蔵安定性の結果を表 3 に示す。分散ペーストを用いて表 3 に示した配合により塗料を作成し、応用例 1 と同様に試験片を作成し、30℃鏡面光沢度を測定した。測定結果を表 3 に示す。

表 3

別 名	分散配合												応 用 比 較 例							
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8
分散ペースト名	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m	n	o	p	q	r	s	t
顔料分散剤名	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T
分散配合	2.8	1.2	1.2	4.1	4.1	2.5	1.2	1.2	4.1	4.1	2.8	1.2	2.8	1.9	2.8	4.4	1.1	0.01	50.8	—
顔料分散剤 (注1)	31.0	41.3	41.3	45.2	45.2	31.0	41.3	41.3	45.2	45.2	31.0	41.3	31.0	30.8	31.0	30.7	30.8	31.3	31.1	31.3
キシレン	5.5	16.4	16.4	17.2	17.2	5.5	16.4	16.4	17.2	17.2	5.5	16.4	5.5	5.5	5.5	4.7	5.3	6.2	—	6.2
セロソルブアセチート	5.5	16.4	16.4	17.2	17.2	5.5	16.4	16.4	17.2	17.2	5.5	16.4	5.5	5.5	5.5	4.7	5.3	6.2	—	6.2
酸化チタン (注2)	55.2	—	—	—	—	55.2	—	—	—	—	55.2	—	55.2	55.6	55.2	55.5	55.5	56.20	6.0	56.3
ベンガラ (注3)	—	24.7	—	—	—	—	24.7	—	—	—	—	24.7	—	—	—	—	—	—	—	—
黄鉄鉱硫化物 (注4)	—	—	24.7	—	—	—	—	24.7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ネオオタジン (注5)	—	—	—	18.3	—	—	—	—	16.3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
銅フタロシアニン (注6)	—	—	—	—	18.3	—	—	—	—	16.3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
顔料分散剤添加量 (%) (対顔料重量比)	2	2	2	10	10	2	2	2	10	10	2	2	2	2	2	2	2	0.005	600	0
ペースト平均粒径 (注7)	0.51	0.57	0.57	0.70	0.38	0.57	0.52	0.54	0.68	0.34	0.55	0.48	0.56	1.25	1.02	1.31	1.11	0.81	0.91	0.85
貯蔵安定性 (注8)	1.1	1.1	1.2	1.1	1.1	1.3	1.1	1.2	1.3	1.1	1.1	1.1	1.2	2.5	2.1	2.2	2.4	2.1	1.3	2.2
分散ペースト	53.5	70.5	70.8	52.4	52.4	53.5	70.5	70.5	52.4	52.4	53.5	70.5	53.5	53.5	58.5	54.9	54.9	53.4	91.2	53.2
アルキド樹脂 (注1)	27.2	11.6	11.6	25.9	25.9	27.2	11.6	11.6	25.9	25.9	27.2	11.6	27.2	27.2	27.2	26.3	26.3	27.2	4.9	27.2
メチルメタクリレート (注9)	19.0	17.4	17.4	21.2	21.2	19.0	17.4	17.4	21.2	21.2	19.0	17.4	19.0	18.9	18.9	18.2	18.3	18.0	3.4	18.9
レバネン樹脂 (注10)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.6	0.6	0.6	0.5	0.6
30度鏡面光沢度	89.3	89.2	88.8	88.3	90.5	91.0	89.2	88.5	87.8	89.1	89.1	89.1	88.9	88.9	89.1	89.1	89.1	89.1	89.1	89.1

(注1) 商品名 フルケッド 133-60 (日立化成工業株式会社製 分散剤成分 60%)

(注2) 商品名 JR-602 (青島化学工業株式会社製)

(注3) 商品名 トグカラ-KN-0 (戸田工業株式会社製)

(注4) マビコイエロー LL-XLO (チタン工業株式会社製)

(注5) ロビクロンレッド 600 RG (トーヨー化学株式会社製)

(注6) ファーストゾンブルー RGA (大日本インキ化学工業株式会社製)

(注7) 遠心式分散度分布測定装置 CAPA-500 (堀場製作所製) により測定



特開平2-219866 (8)

(発明の効果)

応用例1～12の結果から明らかなように本発明の顔料分散剤を用いた分散ペーストは塗膜の外観(30度鏡面光沢度)と分散ペーストの平均粒径から明らかなように顔料分散性(30度鏡面光沢度)と貯蔵安定性が優れていることがわかる。応用比較例1では(1)式における $n$ が6、即ちモノエポキシ化合物と無水トリメリット酸の反応が6回( $n=6$ )行われている場合であり、顔料分散性と貯蔵安定性の性能は良好であるが、顔料分散剤の製造に時間と手間がかかりすぎ、実際の製造には向かないものと思われた。応用比較例2ではポリエステルモノオール分子量が10,000未満の時であり、顔料分散性と貯蔵安定性が劣っている。また応用比較例3ではポリエステルモノオール分子量が100,000を超える場合であり、顔料分散性と貯蔵安定性が劣っている。特開昭60-166318号公報による応用比較例4は顔料分散性と貯蔵安定性が劣っている。特開昭61-61623号公報による応用比較例5は顔料分散性と貯蔵安定性が劣って

いる。本発明の顔料分散剤を顔料に対して0.01%未満使用した応用比較例6および本発明の顔料分散剤を使用しない応用比較例8はいずれも顔料分散性と貯蔵安定性が劣っている。本発明の顔料分散剤を顔料に対して500%を超えて使用した応用比較例7は顔料分散性に劣っている。

特許出願人 日本抽脂株式会社

代理人 弁理士 杉 村 謙 秀

同 弁理士 杉 村 興 作

